

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Application of: )  
 )  
Murakami et al. )  
 )  
Serial No.: to be assigned )  
 )  
Filed: June 18, 2003 )

For: Silicon Single Crystal Wafer for Particle Monitor

CLAIM OF PRIORITY

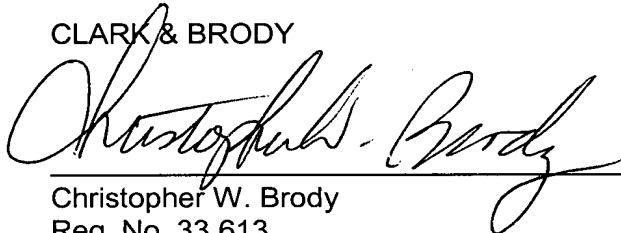
Assistant Commissioner of Patents  
Washington, DC 20231

Sir:

Applicant for the above-identified application, by his attorney, hereby claims the priority date under the International Convention of Japanese Patent Application No. 2002-247363, filed August 27, 2002, and acknowledged in the Declaration of the subject application. A certified copy of the Application is attached.

Respectfully submitted,

CLARK & BRODY

By   
Christopher W. Brody  
Reg. No. 33,613

1750 K Street, NW, Suite 600  
Washington, DC 20006  
Telephone: 202-835-1111  
Facsimile: 202-835-1755  
Docket No.: 12054-0018  
Date: June 18, 2003

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2002年 8月27日

出願番号

Application Number:

特願2002-247363

[ST.10/C]:

[JP2002-247363]

出願人

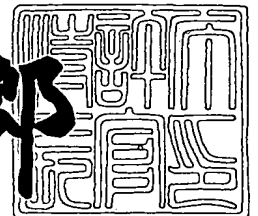
Applicant(s):

三菱住友シリコン株式会社

2003年 3月 7日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3013867

【書類名】 特許願

【整理番号】 KP972D0203

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C30B 15/04  
C30B 29/06

【発明の名称】 パーティクルモニター用シリコン単結晶ウェーハおよびその製造方法

【請求項の数】 5

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区芝浦一丁目2番1号  
三菱住友シリコン株式会社内

【氏名】 村上 浩紀

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区芝浦一丁目2番1号  
三菱住友シリコン株式会社内

【氏名】 奥井 正彦

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区芝浦一丁目2番1号  
三菱住友シリコン株式会社内

【氏名】 浅野 浩

【特許出願人】

【識別番号】 302006854

【氏名又は名称】 三菱住友シリコン株式会社内

【代理人】

【識別番号】 100103481

【弁理士】

【氏名又は名称】 森 道雄

【選任した代理人】

【識別番号】 100083585

【弁理士】

【氏名又は名称】 穂上 照忠

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 038667

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0203086

【包括委任状番号】 0203087

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 パーティクルモニター用シリコン単結晶ウェーハおよびその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

結晶引き上げ法により育成されたシリコン単結晶インゴットから切り出されたウェーハであって、該ウェーハ表面を SC-1 溶液により繰り返し洗浄した後においても、ウェーハ単位表面積当たりの、粒子径が  $0.12\ \mu\text{m}$  以上のパーティクル数が  $15\ \text{個}/\text{cm}^2$  以下であることを特徴とするパーティクルモニター用シリコン単結晶ウェーハ。

【請求項 2】

結晶引き上げ法により育成された窒素濃度が  $1 \times 10^{13} \sim 1 \times 10^{15}\ \text{atoms}/\text{cm}^3$  のシリコン単結晶インゴットから切り出されたウェーハであって、該ウェーハ表面を SC-1 溶液により繰り返し洗浄した後においても、ウェーハ単位表面積当たりの、粒子径  $0.12\ \mu\text{m}$  以上のパーティクル数が  $1\ \text{個}/\text{cm}^2$  以下であることを特徴とするパーティクルモニター用シリコン単結晶ウェーハ。

【請求項 3】

COP (Crystal originated particle) の発生した領域を含むシリコン単結晶インゴットから切り出されたウェーハであることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載のパーティクルモニター用シリコン単結晶ウェーハ。

【請求項 4】

ウェーハ中の酸素濃度が  $1.3 \times 10^{17}\ \text{atoms}/\text{cm}^3$  (old ASTM) 以下であることを特徴とする請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載のパーティクルモニター用シリコン単結晶ウェーハ。

【請求項 5】

請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載のシリコン単結晶ウェーハの製造方法であって、該単結晶インゴットの引き上げに際して、単結晶インゴットが  $1150^\circ\text{C}$  から  $1070^\circ\text{C}$  までの温度範囲を通過する時間を 20 分以内とし、 $900^\circ\text{C}$  から  $80$

0℃までの温度範囲を通過する時間を40分以内として育成されたシリコン単結晶インゴットからウェーハを切り出すことを特徴とするパーティクルモニター用シリコン単結晶ウェーハの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は半導体材料として使用されるパーティクルモニター用シリコン単結晶およびその製造方法に関し、詳しくは、繰り返し使用してもウェーハ表面のLPD (Light point defect) 数の密度が極めて少ないパーティクルモニター用シリコン単結晶およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

半導体材料のシリコンウェーハに用いるシリコン単結晶を製造方法としてはチヨクラルスキー法（以下「CZ法」という）、浮遊帯法（FZ法）などの種々の方法があるが、その中でも最も多く利用されている方法がCZ法による単結晶の育成方法である。

【0003】

図2は、CZ法による従来のシリコン単結晶の製造装置を模式的に示す図である。単結晶の育成方法は以下のとおりである。周囲を断熱材6で囲まれた黒鉛ルツボ4内に装入された石英ルツボ3の中に多結晶のシリコン原料を装入し、ヒータ5により加熱して石英ルツボ内にシリコンの原料融液を生成させる。この融液にシード（種結晶）1を浸漬し、シードとルツボを回転させながらシードを引き上げることによりシリコン単結晶2を引き上げ、育成する。このとき、ルツボは、単結晶の回転方向と同方向または逆方向に回転させる。なお、図中の符号7は、熱シールド材である。

【0004】

CZ法により育成された単結晶は、結晶を無転位化するために種結晶を細く絞るシード絞りをを行い、次にボディー直径にするために肩（ショルダー）部を形成させ、肩変えの後、一定のボディー直径で成長させる。単結晶が目標長さに達し

た後、テイル部の直径を縮小させるテイル部絞りをを行い、単結晶の育成を終了する。

#### 【0005】

上記のようにして製造されたシリコン単結晶からはウェーハが切り出され、半導体の集積回路素子（デバイス）用として使用される。特に最新のデバイスでは  $0.13\mu\text{m}$  サイズのデザインルール（パターン幅が  $0.13\mu\text{m}$ ）が使用されており、デバイスを形成させるシリコンウェーハの品質への要求は一段と厳しくなっている。

#### 【0006】

このような最新のデバイスルールによるデバイスの製造工程では、厳しいパーティクルの管理が行われており、パーティクルカウンターにより測定されるウェーハ表面のパーティクル数が極めて少ないことが要求される。

そこで、結晶欠陥であるCOP (Crystal originated particle) の少ないパーティクルモニター用のシリコン単結晶ウェーハを製造するために、結晶の育成速度を遅くし、リング状の酸化誘起積層欠陥 (Ring likely distributed oxidation-induced stacking faults: 以下「リングOSF」という) が閉じた後のCOP発生領域を含まない単結晶を使用することも考えられる。しかし、シリコン単結晶の育成速度を低下させることは、生産性の低下による単結晶製造コストの上昇につながるため、パーティクルモニター用のシリコン単結晶ウェーハの製造に採用することはできない。

#### 【0007】

また、シリコン単結晶の育成過程で窒素をドーピングすることにより、COPのサイズを小さくし、結果としてパーティクルモニターにカウントされるパーティクル数を低減させる方法が開示されている。

#### 【0008】

例えば、特開2000-53489号公報には、CZ法によって窒素をドーピングしたシリコン単結晶を育成する際に、単結晶棒にドーピングする窒素濃度を  $1 \times 10^{10} \sim 5 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$  とし、ウェーハに加工してパーティクルモニター用シリコン単結晶ウェーハを製造する方法が開示されている。

しかし、上記に開示された方法では、その公報中の実施例に記載されているとおり、直径 6 インチのウェーハを SC-1 洗浄液により 6 0 分間洗浄した後の粒径が  $0.13 \mu\text{m}$  以上のパーティクル数の測定結果は、窒素をドープしない場合において約  $1200 \text{ 個}/\text{cm}^2$  であり、また、窒素をドープした場合においても、その約  $1/20$  以下に減少したとの記載に基づけば、 $60 \text{ 個}/\text{cm}^2$  以下の程度と推測される。したがって、このようなパーティクル数の多いウェーハを最近のデバイス製造用として使用することは難しい。

## 【0009】

最近のデバイス製造プロセスではパーティクルモニター用ウェーハは繰り返し使用されるため、繰り返し洗浄した後においてもパーティクル数の密度が低いことが望まれている。しかし、従来のパーティクルモニター用ウェーハでは、初回の使用時にはパーティクル数の密度が低くても、再使用した場合には、パーティクル数の密度が増加するのが実態であった。

## 【0010】

その理由は、以下の①および②が原因していると推測される。

①当初はウェーハ表面上においてパーティクルカウンターにより検出されない程度の比較的小さいCOPが、繰り返しの洗浄によりエッチング作用を受けて、パーティクルカウンターによりLPDとして検出される程度のサイズにまで肥大したピットとなり、パーティクルとしてのカウント数を増加させる。

## 【0011】

②ウェーハは繰り返し使用される過程で、種々の熱処理を受けることから、酸素析出物がウェーハ表面に析出して生じる酸素起因の結晶欠陥（BMD: Bulk micro defect）が発生し、これがパーティクルカウンターにより検出されて、パーティクル数を増加させる。

## 【0012】

## 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、パーティクルモニター用シリコン単結晶ウェーハについての前記の問題点に鑑みてなされたものであり、その課題は、繰り返し使用時においてもウェーハ表面の単位面積当たりのLPD数（以下「LPD密度」という）が極めて



少ないパーティクルモニター用シリコン単結晶およびその製造方法を提供することにある。

【 0 0 1 3 】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上述の課題を解決するために、前記した従来技術の問題点について検討を行い、以下の（a）～（d）の知見を得た。

【 0 0 1 4 】

（a）シリコン融液からシリコン単結晶インゴットを引き上げて育成するに際して、単結晶インゴットの特定温度範囲の通過時間を短縮することにより、そのインゴットから切り出されたパーティクルモニター用ウェーハ表面の洗浄後のパーティクル数を低減することができる。

（b）シリコン単結晶インゴットの1150℃から1070℃までの温度範囲の通過時間を20分以内とすることにより、COPのサイズが低減され、また、900℃から800℃までの温度範囲の通過時間を40分以内とすることにより、BMDの発生が抑制される。

（c）上記（b）において、窒素をドーピングすることにより、さらにCOPのサイズを低減できる。

（d）上記（b）または（c）において、酸素濃度を低減することにより、さらにBMDの発生を抑制できる。

本発明は、上記の知見に基づき完成されたものであり、その要旨は、下記の（1）～（4）に示すパーティクルモニター用シリコン単結晶ウェーハ、および（5）に示すパーティクルモニター用シリコン単結晶ウェーハの製造方法にある。

【 0 0 1 5 】

（1）結晶引き上げ法により育成されたシリコン単結晶インゴットから切り出されたウェーハであって、該ウェーハ表面をSC-1溶液により繰り返し洗浄した後においても、ウェーハ単位表面積当たりの、粒子径が $0.12\mu\text{m}$ 以上のパーティクル数が $15\text{個}/\text{cm}^2$ 以下であるパーティクルモニター用シリコン単結晶ウェーハ。

【 0 0 1 6 】

(2) 前記(1)に記載のパーティクルモニター用シリコン単結晶ウェーハは、結晶引き上げ法により育成された窒素濃度が $1 \times 10^{13} \sim 1 \times 10^{15}$  atoms/cm<sup>3</sup>のシリコン単結晶インゴットから切り出されたウェーハであって、該ウェーハ表面をSC-1溶液により繰り返し洗浄した後においても、ウェーハ単位表面積当たりの、粒子径 $0.12 \mu\text{m}$ 以上のパーティクル数が1個/cm<sup>2</sup>以下であることが好ましい。

## 【0017】

(3) 前記(1)または(2)に記載のパーティクルモニター用シリコン単結晶ウェーハは、生産性向上の面から、COPの発生した領域を含むシリコン単結晶インゴットから切り出されたウェーハであることが好ましい。

## 【0018】

(4) 前記(1)～(3)のいずれかに記載のパーティクルモニター用シリコン単結晶ウェーハは、ウェーハ中の酸素濃度が $13 \times 10^{17}$  atoms/cm<sup>3</sup> (old ASTM) 以下であることが好ましい。

## 【0019】

(5) 前記(1)～(4)のいずれかに記載のシリコン単結晶ウェーハの製造方法であって、該単結晶インゴットの引き上げに際して、単結晶インゴットが $1150^{\circ}\text{C}$ から $1070^{\circ}\text{C}$ までの温度範囲を通過する時間を20分以内とし、 $900^{\circ}\text{C}$ から $800^{\circ}\text{C}$ までの温度範囲を通過する時間を40分以内として育成されたシリコン単結晶インゴットからウェーハを切り出すパーティクルモニター用シリコン単結晶ウェーハの製造方法。

本発明において、「繰り返し洗浄した後」とは、SC-1洗浄液(溶液組成は、 $\text{H}_2\text{O}_2 : \text{NH}_4\text{OH} : \text{H}_2\text{O} = 1 : 1 : 5$ )により複数回洗浄した後を意味し、例えば、1回当たり10分間の洗浄を6回行うなどのような洗浄が該当する。

「ウェーハ単位表面積当たりのパーティクル数」とは、パーティクルカウンターによりウェーハ表面上で観察されたパーティクル個数をウェーハ単位表面積当たりの個数に換算した値をいう。

## 【0020】

## 【発明の実施の形態】

本発明のパーティクルモニター用シリコン単結晶ウェーハは、窒素をドーピングしなくても、SC-1洗浄液による洗浄を1時間実施した後において、表面における粒子径が $0.12\mu\text{m}$ 以上のパーティクル数が $15\text{個}/\text{cm}^2$ 以下であり、パーティクルモニター用ウェーハとして極めて有用である。

## 【0021】

粒子径 $0.12\mu\text{m}$ 以上のパーティクル数 $\leq 15\text{個}/\text{cm}^2$ ：

粒子径が $0.12\mu\text{m}$ 以上のパーティクル数を対象としたのは、前記のとおり、最新のデバイス製造プロセスでは、 $0.13\mu\text{m}$ サイズのデザインルールが使用されており、デバイスを形成するときのパターンの幅と同程度の直径のパーティクルの存在は、デバイスの品質に重大な影響を及ぼすからである。

パーティクル数を $15\text{個}/\text{cm}^2$ 以下としたのは、繰り返し洗浄による種々の検討結果から、 $15\text{個}/\text{cm}^2$ 以下であればデバイス製造工程において十分に使用できることが、確認できたからである。したがって、パーティクル数は、できる限り少ないことが望ましい。

## 【0022】

本発明のシリコン単結晶ウェーハの製造方法は、シリコン単結晶インゴットを引き上げにより育成するに際し、単結晶が $1150^\circ\text{C}\sim 1070^\circ\text{C}$ の温度範囲および $900^\circ\text{C}\sim 800^\circ\text{C}$ の温度範囲を通過する時間を一定時間以内に制限する方法である。

$1150^\circ\text{C}\sim 1070^\circ\text{C}$ および $900^\circ\text{C}\sim 800^\circ\text{C}$ の温度範囲の通過時間：

シリコン単結晶インゴットの温度が $1150^\circ\text{C}\sim 1070^\circ\text{C}$ の温度範囲に存在する領域では、シリコン単結晶中にCOPが形成されやすい。したがって、この温度範囲の通過時間を短縮することにより、形成されるCOPのサイズを小サイズのままに止めることができる。通過時間が20分を超えるとCOPのサイズが増大し、洗浄後のウェーハ表面でカウントされるパーティクル数が増加する。そこで、 $1150^\circ\text{C}\sim 1070^\circ\text{C}$ の温度範囲の通過時間を20分以内とした。

## 【0023】

さらに単結晶インゴットの冷却が進んで、インゴットの温度が $900^\circ\text{C}\sim 80$

0℃の温度範囲に存在する領域では、シリコン単結晶中にBMDが形成されやすい。したがって、この温度範囲の通過時間を短縮することにより、BMDの発生を抑制することができる。通過時間が40分を超えるとBMDの発生を抑制することができなくなり、洗浄後のウェーハ表面でカウントされるパーティクル数が増加する。そこで、900℃～800℃の温度範囲の通過時間を40分以内とした。

以下に、さらに本発明の好ましい態様について説明する。

窒素濃度： $1 \times 10^{13} \sim 1 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$  および粒子径が0.12  $\mu\text{m}$ 以上のパーティクル数 $\leq 1 \text{ 個/cm}^2$ ：

本発明のパーティクルモニター用シリコン単結晶ウェーハは、窒素をドーピングして含有させることにより、SC-1洗浄液による洗浄を1時間実施した後における、粒子径が0.12  $\mu\text{m}$ 以上のパーティクル数を1  $\text{個/cm}^2$ 以下とすることができる。これは、窒素をドーピングすることにより、COPのサイズがさらに縮小し、窒素をドーピングしない場合に比べて、測定されるパーティクル数を低減させる効果を得られるからである。

窒素濃度を $1 \times 10^{13} \text{ atoms/cm}^3$ 以上とすることにより、上記の効果が得られる。一方、窒素の含有は、BMDの発生を助長させる効果をも有し、 $1 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ を超えて含有させるとBMDの発生が著しくなり、ウェーハ表面で検出されるパーティクル数を増加させることから好ましくなく、また、単結晶が有転位化し、結晶の引き上げが続行できなくなる場合が多発する。したがって、窒素をドーピングする場合は、窒素濃度を $1 \times 10^{13} \sim 1 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ とすることが好ましい。

#### 【0024】

なお、窒素のドーピングは一般の方法によればよいが、例えば、原料の多結晶シリコン中あるいは融液中への窒化物の添加、窒素あるいは窒素化合物ガスを流しながらの単結晶の育成、溶融前の高温にて多結晶シリコンへの窒素あるいは窒素化合物ガスの吹き付けなどの方法を用いることができる。

#### 【0025】

結晶成長速度と結晶中心部の温度勾配の比：

本発明のパーティクルモニター用シリコン単結晶ウェーハの製造においては、COPの発生領域を含む単結晶の領域からウェーハを切り出して製造する場合の方が、中心部でリングOSFが消滅してCOP発生領域を含まない単結晶の領域から切り出して製造する場合に比較して、生産性が飛躍的に向上する。このCOP発生領域を含む単結晶領域を高速でかつ安定的に得るためには、シリコンの融点から1350℃までの単結晶引き上げ軸方向の結晶中心の温度勾配G (℃/min) に対する結晶成長速度V (mm/min) の比の値V/Gを0.20 (mm<sup>2</sup>/min/℃) 以上とすることが好ましい。

ウェーハ中の酸素濃度 $\leq 1.3 \times 10^{17}$  atoms/cm<sup>3</sup> (old ASTM) :

BMDの発生を抑制する観点から、ウェーハ表面への酸素析出物の析出を抑制するために、単結晶ウェーハ中の酸素速度を $1.3 \times 10^{17}$  atoms/cm<sup>3</sup> 以下とすることが好ましい。なお、上記の酸素濃度を低下させるための方法としては、ルツボの回転速度を調整する方法や引き上げ炉内の圧力を調整するなどの方法によればよい。

#### 【0026】

##### 【実施例】

本発明の方法によりシリコン単結晶を引き上げ育成し、パーティクルモニター用単結晶ウェーハを切り出して、その効果を確認する試験を行った。

#### 【0027】

##### (実施例1)

図1は、本発明を実施するために用いたCZ法によるシリコン単結晶の製造装置を模式的に示す図である。単結晶の育成方法は以下のとおりである。石英ルツボ3内に多結晶のシリコン原料を装入し、ヒータ5により加熱して石英ルツボ内にシリコンの原料融液を生成させる。この融液にシード1を浸漬し、シードとルツボを回転させながらシードを引き上げることによりシリコン単結晶2を引き上げ、育成させる。

#### 【0028】

熱シールド材7の内側には、強制冷却装置8を設置し、引き上げられたシリコン単結晶を部分的に強制冷却できる構造とした。本強制冷却装置は、冷却装置の

内部に冷却媒体を循環させることにより、シリコン単結晶の特定の温度領域を上下の高さ方向に冷却して所定の温度分布を生じさせ、その温度分布の範囲を通過する単結晶の通過時間を制御できる機能を有する。

## 【0029】

図1に示される装置の石英ルツボ内に高純度の多結晶シリコンを140kg装入し、単結晶の電気抵抗率が $10\Omega\text{cm}$ となるようにp型ドーパントのボロン(B)を添加した。装置内をアルゴン減圧雰囲気(アルゴン分圧: $1.33\times 10^4\text{Pa}$ 以下)とし、ヒータにより加熱してシリコンを溶融させ融液とした。シードチャックに取り付けた種結晶を融液に浸漬し、ルツボおよび引き上げ軸を回転させつつ引き上げを行った。結晶方位は $\langle 100 \rangle$ とし、まず結晶の無転位化のためのシード絞りを行った後、ショルダー部を形成させ、肩変えを行って目標のボディー径とした。

ボディー長さ100mmで引き上げ速度を $1.3\text{mm}/\text{min}$ に調整してボディーの全長1700mm、直径8インチの単結晶を育成した。

## 【0030】

この引き上げ時における融点から $1350^\circ\text{C}$ まで温度が低下する間の単結晶中心の軸方向の温度勾配は $5.5^\circ\text{C}/\text{mm}$ であった。また、このときの $1150^\circ\text{C}$ から $1070^\circ\text{C}$ の間の単結晶の通過時間は13分であり、 $900^\circ\text{C}$ から $800^\circ\text{C}$ の間の通過時間は28分であった。

## 【0031】

また、窒素をドーブした単結晶についても同条件で引き上げを行った。窒素のドーブは、シリコン原料の融液に窒素をドーブし、単結晶胴部(ボディー部)のトップ部において窒素濃度が $1\times 10^{14}\text{atoms}/\text{cm}^3$ となるように調整することにより行った。

## 【0032】

上記の条件で育成した各シリコン単結晶について、単結晶胴部の軸方向の位置で300mm、500mmおよび1000mmの3カ所の位置からウェーハを切り出し、面取り、ラッピング、エッチング、鏡面研磨などの所定のウェーハ加工プロセスを施してサンプルウェーハを作成した。窒素ドーブなしのサンプルウ

エーハについては、これらを試験番号 1-1~1-3 の試験に供し、窒素をドーブしたサンプルウェーハについては、同様に試験番号 1-4~1-6 の試験に供した。各サンプルウェーハ中の酸素濃度は、いずれも  $1.3 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$  (old ASTM) 以下である。

## 【0033】

このようにして得られた各サンプルウェーハに対して、SC-1 洗浄液（溶液組成は、 $\text{H}_2\text{O}_2 : \text{NH}_4\text{OH} : \text{H}_2\text{O} = 1 : 1 : 5$ ）により、1 回当たり 10 分間の洗浄を 6 回実施した。各洗浄回数毎に、レーザーパーティクルカウンターを使用して洗浄後のウェーハ表面上の LPD を測定した。図 3 にそれらの測定結果を示す。

## 【0034】

図 3 の結果から明らかなように、洗浄開始前においては、ウェーハ表面の粒径が  $0.12 \mu\text{m}$  以上の LPD 密度は、単結晶の窒素含有の有無に拘わらず試験番号 1-1~1-6 のいずれにおいても  $0.05 \text{ 個/cm}^2$  以下である。また、3 回の洗浄（洗浄時間 30 分）までは、試験番号 1-1~1-6 のいずれにおいても、粒径  $0.12 \mu\text{m}$  以上の LPD 密度は、 $1 \text{ 個/cm}^2$  以下である。

## 【0035】

6 回の洗浄（洗浄時間 60 分）後においても、窒素を含有しない単結晶から切り出されたウェーハを用いた試験番号 1-1~1-3 において、粒径  $0.12 \mu\text{m}$  以上の LPD 密度は  $10 \text{ 個/cm}^2$  程度であり、 $15 \text{ 個/cm}^2$  以下という優れた品質のパーティクルモニター用ウェーハとして使用できることが判明した。

さらに、窒素を含有させた単結晶から切り出されたウェーハを用いた試験番号 1-4~1-6 では、LPD 密度は  $1 \text{ 個/cm}^2$  以下であり、さらに一段と優れた品質のパーティクルモニター用ウェーハとして使用できる。

## 【0036】

## （実施例 2）

次に、 $1150^\circ\text{C}$  から  $1070^\circ\text{C}$  の間の単結晶の通過時間および  $900^\circ\text{C}$  から  $800^\circ\text{C}$  の間の通過時間を種々変化させた試験を行った。

## 【0037】

実施例 1 と同様に、図 1 に示される単結晶引き上げ装置を使用して、直径 8 インチ、電気抵抗率抵抗率が  $10 \Omega \text{ cm}$ 、p 型、結晶方位が  $\langle 100 \rangle$ 、酸素濃度が  $12.3 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$  (old ASTM) 以下のシリコン単結晶を育成した。

## 【0038】

各単結晶から切り出されたウェーハについて SC-1 洗浄液により 60 分間の洗浄を行った後、LPD 密度を測定した。

## 【0039】

さらに、LPD 密度を測定後の各サンプルウェーハに対して、 $800^\circ\text{C}$  にて 1 h および  $1000^\circ\text{C}$  にて 16 h の酸素雰囲気における析出評価熱処理を行った後、ウェーハをウェーハ表面に垂直な面で劈開し、ライト液 ( $\text{HF} + \text{HNO}_3 + \text{CrO}_3 + \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 + \text{H}_2\text{O} + \text{CH}_3\text{COOH}$  の混合液) に 3 分間浸漬してウェーハ断面をエッチングした後、光学顕微鏡により、倍率：40 倍にて劈開断面における BMD 個数を測定し、単位面積当たりの BMD 個数（以下「BMD 密度」という）を求めた。

## 【0040】

表 1 に、各試験条件、ならびに、SC-1 洗浄後の LPD 密度および BMD 密度をまとめて示した。

## 【0041】

【表 1】

表 1

試験番号	1150~1070°C 通過時間 (分)	900~800°C 通過時間 (分)	酸素濃度 ( $\times 10^{17}$ atoms/cm <sup>3</sup> )	V/G (mm <sup>2</sup> /min/°C)	SC1 洗浄後の LPD 密度(*1) (個/cm <sup>2</sup> )	BMD 密度 (個/cm <sup>2</sup> )
2-1	32	58	12.3	0.24	25.8	$9.0 \times 10^4$
2-2	23	45	12.3	0.24	20.4	$7.2 \times 10^4$
2-3	15	45	12.3	0.24	17.1	$7.5 \times 10^4$
2-4	23	34	12.3	0.24	17.5	$4.5 \times 10^4$
2-5	20	40	12.3	0.24	14.1	$4.1 \times 10^4$
2-6	16	36	12.3	0.24	13.2	$4.0 \times 10^4$
2-7	13	28	12.3	0.24	10.7	$3.7 \times 10^4$

(注) \*1: 1 回当たり 10 分の SC-1 洗浄を 6 回行った後の LPD 密度を示す。

## 【0042】



試験番号 2-1~2-4 は、1150~1070℃の範囲の単結晶の通過時間または900~800℃の範囲の単結晶の通過時間の少なくともいずれかが本発明の範囲を外れている比較例であり、試験番号 2-5~2-7 は、いずれも本発明の範囲を満たす本発明例である。

【0043】

比較例である試験番号 2-1~2-4 は、いずれも SC-1 洗浄液による 60 分間洗浄後の LPD 密度が 15 個/cm<sup>2</sup> を超えている。

【0044】

これに対して、本発明例である試験番号 2-5~2-7 は、SC-1 洗浄液による洗浄後においても、LPD 密度が 15 個/cm<sup>2</sup> 以下と少なく、また、ウェーハ内部の BMD 密度も低く、良好な品質のパーティクルモニター用ウェーハとして使用できる。

【0045】

【発明の効果】

本発明のパーティクルモニター用ウェーハは、ウェーハ表面に検出される初期の LPD 密度が極めて低く、また SC-1 洗浄液により繰り返し洗浄使用された後においても LPD 密度を低く保つことができる。本発明の方法によれば、ウェーハ表面の LPD 密度が極めて低い高品質のパーティクルモニター用ウェーハを製造でき、産業の発展に大きく寄与できる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明を実施するために用いるシリコン単結晶の製造装置を模式的に示す図である。

【図 2】従来のシリコン単結晶の製造装置を模式的に示す図である。

【図 3】SC-1 溶液による洗浄時間と洗浄の LPD 密度の測定結果との関係を示す図である。

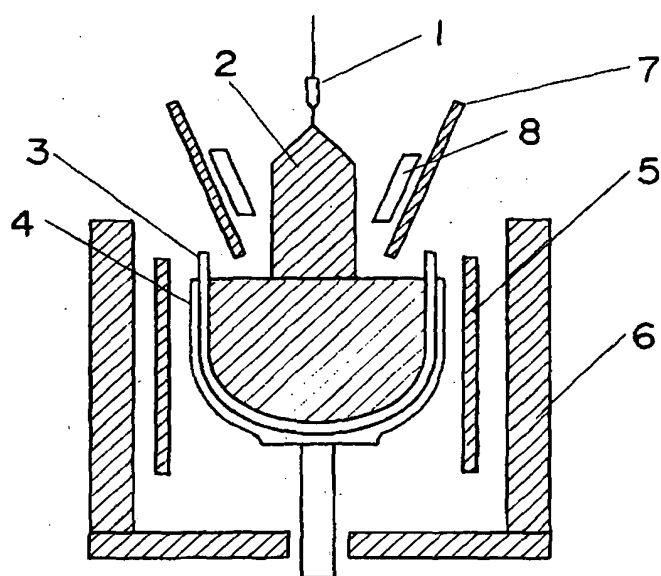
【符号の説明】

- 1 : シード（種結晶）、
- 2 : シリコン単結晶、
- 3 : 石英ルツボ、

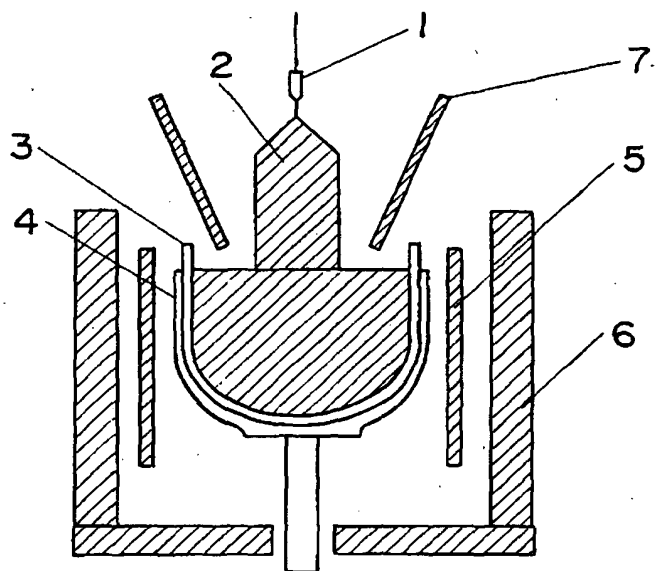
- 4 : 黒鉛ルツボ、
- 5 : ヒータ、
- 6 : 断熱材、
- 7 : 熱シールド材、
- 8 : 強制冷却装置。

【書類名】 図面

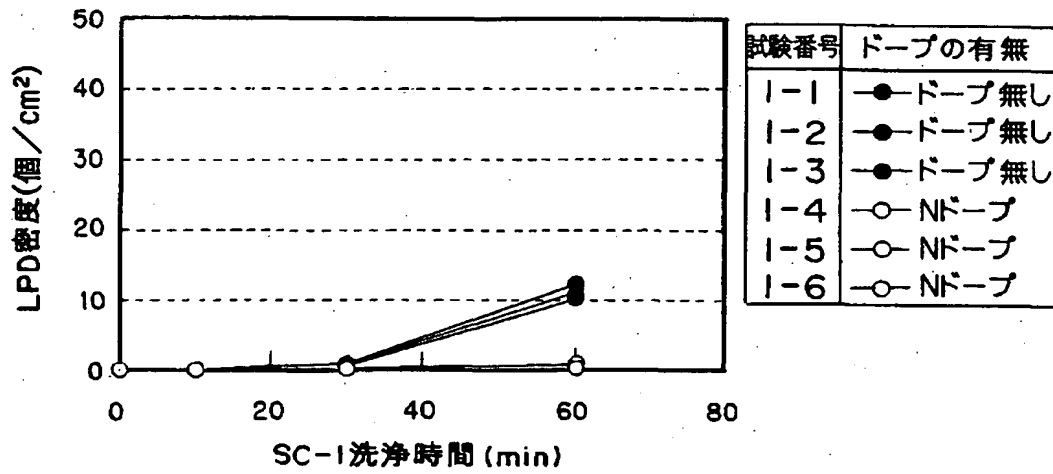
【図1】



【図2】



【図 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 繰り返し使用時においてもウェーハ表面のLPD数が極めて少ないパーティクルモニター用シリコン単結晶およびその製造方法の提供。

【解決手段】 (1)シリコン単結晶インゴットから切り出されたウェーハであって、その表面の繰り返し洗浄後においても、粒子径が $0.12\mu\text{m}$ 以上のパーティクル数が $15\text{個}/\text{cm}^2$ 以下であるパーティクルモニター用単結晶ウェーハ。(2)窒素濃度が $1\times 10^{13}\sim 1\times 10^{15}\text{atoms}/\text{cm}^3$ のシリコン単結晶インゴットから切り出され、表面の繰り返し洗浄後においても、粒子径が $0.12\mu\text{m}$ 以上のパーティクル数が $1\text{個}/\text{cm}^2$ 以下であるパーティクルモニター用単結晶ウェーハ。(3)引き上げに際し、 $1150\sim 1070^\circ\text{C}$ 帯を20分以内で、 $900\sim 800^\circ\text{C}$ 帯を40分以内で通過させたインゴットから単結晶ウェーハを切り出すパーティクルモニター用ウェーハの製造方法。

【選択図】 図3

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2002-247363
受付番号	50201272013
書類名	特許願
担当官	藤居 建次 1409
作成日	平成14年 9月 3日

<認定情報・付加情報>

【提出日】 平成14年 8月27日

【特許出願人】

【識別番号】 302006854

【住所又は居所】 東京都港区芝浦一丁目2番1号

【氏名又は名称】 三菱住友シリコン株式会社

【代理人】 申請人

【識別番号】 100103481

【住所又は居所】 兵庫県尼崎市東難波町5丁目17番23号 住友  
生命尼崎ビル 森道雄特許事務所

【氏名又は名称】 森 道雄

【選任した代理人】

【識別番号】 100083585

【住所又は居所】 兵庫県尼崎市東難波町5丁目17番23号 住友  
生命尼崎ビル 穂上特許事務所

【氏名又は名称】 穂上 照忠

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[302006854]

1. 変更年月日	2002年 1月31日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都港区芝浦一丁目2番1号
氏 名	三菱住友シリコン株式会社